

PAT-NO: JP408145916A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08145916 A  
TITLE: SMALL ANGLE SCATTERING X-RAY EQUIPMENT  
PUBN-DATE: June 7, 1996

INVENTOR-INFORMATION:  
NAME  
HIRANO, TATSUMI

ASSIGNEE-INFORMATION:  
NAME HITACHI LTD COUNTRY  
N/A

APPL-NO: JP06284762  
APPL-DATE: November 18, 1994

INT-CL (IPC): G01N023/201

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain small angle scattering X-ray equipment which is optimum for an analyzing method of small angle X-ray scattering for obtaining knowledge on a density structure relating to an observed element by utilizing a phenomenon of extraordinary scattering of an X ray.

CONSTITUTION: An incident X ray from an X-ray source 1 is made monochromatic by a spectroscope 3 and then cast on a sample 5. A scattered X ray from the sample is passed through a slit 7 and, exposed and accumulated on an X-ray detector 9. After the exposure of a small angle X ray with energy E1, the spectroscope 3 and the slit 7 are controlled in linkage through a controller 13 from a computer 14, by a spectroscope drive part 10 and a slit drive part 12 respectively, and the scattered X ray with energy E2 is exposed and

accumulated

on the detector 9 at a different position from the one for the X ray with  $E_1$ .

After this operation is repeated till prescribed energy  $E_i$ , are images of the

scattered X rays on the detector 9 are read out. A scattering pattern of a

density structure relating to an observed element is extracted from small angle

X-ray scattering patterns of discrete energy thus obtained.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-145916

(43)公開日 平成8年(1996)6月7日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

G 0 1 N 23/201

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全7頁)

(21)出願番号 特願平6-284762

(22)出願日 平成6年(1994)11月18日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 平野 辰巳

茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

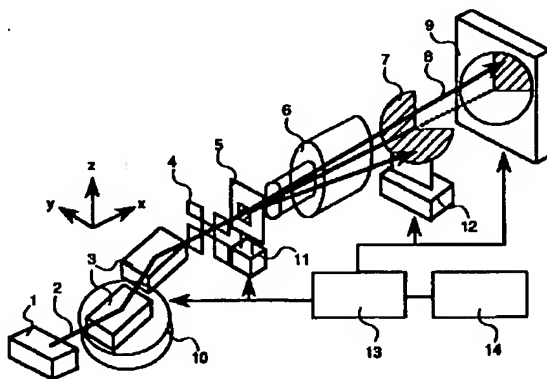
(54)【発明の名称】 小角散乱X線装置

(57)【要約】

【目的】X線異常分散現象を利用して着目した元素に与する密度構造に関する知見を得る小角X線散乱の解析法に最適な小角散乱X線装置を提供する。

【構成】X線源1からの入射X線は、分光器3により単色化された後、試料5に入射する。試料からの散乱X線は、スリットを経て、X線検出器上に露光、蓄積される。エネルギーE1での小角X線の露光後、分光器3とスリット7を各々、分光器駆動部10、スリット駆動部12により計算機14から制御器13を通じて連動して制御し、エネルギーE2での散乱X線をE1とは異なる位置の検出器上に露光・蓄積する。これを所定のエネルギーE<sub>i</sub>まで繰り返した後、検出器上の散乱X線像を読み出す。得られた各エネルギーの小角X線散乱パターンより、着目した元素に与した密度構造の散乱パターンを抽出する。

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】試料にX線を照射し、入射X線に対して小角度の範囲に前記試料から散乱或いは回折したX線の強度を測定する小角散乱X線装置に於いて、前記試料に入射するX線のエネルギーを限定する分光器と前記試料からの散乱X線の一部を通過させる開口部及び前記開口部の場所を移動できるスリットを備え、X線のエネルギーE1に対してスリットの開口部位置P1、X線のエネルギーE2に対してスリットの開口部位置P2等のように、X線のエネルギーに対してスリットの開口部の場所を連動させる制御機構を備えたことを特徴とする小角散乱X線装置。

【請求項2】試料にX線を照射し、入射X線に対して小角度の範囲に前記試料から散乱或いは回折したX線の強度を測定する小角散乱X線装置に於いて、X線発生部に複数の元素からなるX線ターゲットと前記試料からの散乱X線の一部を通過させる開口部及び前記開口部の場所を移動できるスリットを備え、元素1からのX線に対してスリットの開口部位置P1、元素2からのX線に対してスリットの開口部位置P2等のように、X線ターゲットを構成する元素からのX線に対してスリットの開口部の場所を連動させる制御機構を備えたことを特徴とする小角散乱X線装置。

【請求項3】請求項2において、前記試料に入射するX線光路上に、前記X線ターゲットを構成する元素からの特性X線のみを透過させるフィルタを備え、元素1に対してフィルタ1、元素2に対してフィルタ2等のように、X線ターゲットを構成する元素からのX線に対してフィルタを選択できるような制御機構を備えた小角散乱X線装置。

【請求項4】試料にX線を照射し、入射X線に対して小角度の範囲に試料から散乱或いは回折したX線の強度を測定する小角散乱X線装置に於いて、複数の異なるエネルギーを有する入射X線と試料からの異なるエネルギーを有する散乱X線を十分にエネルギー分解できる位置感応型検出器を備えたことを特徴とする小角散乱X線装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は小角散乱X線装置に係り、特に、X線小角散乱で、分散粒子のみの情報をマトリックスからの情報と分離、抽出する高い精度の計測手法に最適な装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】X線小角散乱は試料中の数nm～数百nmのサイズでの密度の不連続領域の存在によって生じるため、散乱物質として結晶質だけでなく非晶質物質からの情報も得ることができる。その対象は、セルロース等の高分子物質、筋肉、生体膜等の生体超分子といった長周期構造をもつ物質のほかに、分散粒子を含む合金、セラミックス等の不均一構造を有する構造材料等があり、

その適用範囲は広い。小角X線散乱により得られる情報は、前述の長周期の構造、分散粒子の粒径分布、形状、体積率、さらには粒子間距離等である。従来の小角散乱X線装置の一例を図2に示す。X線源1からの入射X線2は分光器3により特定のエネルギーを有するX線に単色化された後、X線ビームを成型する四象限スリットを経て試料5に照射される。試料からの散乱X線8は空気による散乱を抑制する真空パス6を経てX線検出器9により測定される。また試料で散乱されなかった入射X線はビームストップ15により遮られX線検出器に入らないようにできる。小角散乱X線装置により得られる散乱X線パターンの一例を図3に示す。入射X線に対する散乱X線の散乱角( $2\theta$ )に対する散乱X線強度の依存性より分散粒子の粒径や粒子形状がわかる。さらに散乱X線強度の散乱角に対する積分量(斜線の領域)から分散粒子の総数が求められ、前述の分散粒子の粒径や粒子形状を考慮することにより、粒子間距離を求めることができる。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】構造材料として粒子分散強化合金や複合セラミックスを利用する上で大切なのが機械的性質である。粒子分散合金の場合、この機械的性質を支配しているのが、粒子間距離である。これは分散粒子による強化機構として、マトリックス中を移動する転位の移動を抑制する粒子によるオロワン応力は粒子間距離の逆数に比例すると考えられている。即ち、粒子間距離が小さい材料ほど、オロワン応力は強く、クリープ特性は良好となる。このため、この粒子間距離を定量的に把握することは材料を開発する上で重要となる。またクリープ試験では、二千時間もの長い計測が必要となるため、材料を開発するプロセスの最適化のために、材料の機械的特性を支配する粒子間距離を迅速に測定したいという要望がある。しかし、従来装置では、以下に述べる問題点がある。

【0004】前述の小角X線散乱から得られる情報には、分散粒子からの情報の他に、マトリックス内の空隙等の密度揺らぎに起因する情報も含まれる。そこで、分散粒子のみの情報を得るには、粒子を含まないマトリックスからの小角X線散乱のデータで、粒子を含む場合のそれを補正する手法が用いられている。しかし実際には、粒子を含まないマトリックスと粒子を含むそれが同一であるという保証がないため、この補正法で得られる結果には多くの誤差を含むという問題がある。さらに粒子を含まないマトリックスを平行して作製する必要があるため、複雑な製造プロセスを最適化するという上記の要求には適さないという問題がある。

【0005】本発明の目的は、分散粒子を含む試料の小角X線散乱測定から、着目する分散粒子に関する情報のみを、それ以外の構造に起因する情報と分離させる計測法に最適な装置を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため本発明の小角散乱X線装置は、試料に入射するX線のエネルギーを限定する分光器と試料からの散乱X線の一部を通過させる開口部及び該開口部の場所を移動できるスリットを備え、X線のエネルギーE1に対してスリットの開口部位置P1、X線のエネルギーE2に対してスリットの開口部位置P2等のように、X線のエネルギーに対してスリットの開口部の場所を連動させる制御機構を具備した。

【0007】また本発明の小角散乱X線装置は、X線発生部に複数の元素からなるX線ターゲットと試料からの散乱X線の一部を通過させる開口部及び前記開口部の場所を移動できるスリットを備え、元素1からのX線に対してスリットの開口部位置P1、元素2からのX線に対してスリットの開口部位置P2等のように、X線ターゲットを構成する元素からのX線に対してスリットの開口部の場所を連動させる制御機構を具備してなるものである。

【0008】また発明に於いて、入射するX線光路上

$$I \propto |f|^2, \quad f = f_0 + f' + i f''$$

ここで、 $f_0$  はX線エネルギーに依存しない原子散乱因子、 $f'$  と  $f''$  は異常分散項の実数及び虚数項である。 $f'$  と  $f''$  は着目元素の吸収端近傍のエネルギーで図4に示すような依存性がある。今、着目する分散粒子を構成する元素1がマトリックスに存在しない場合、元素1の吸収端近傍のエネルギーE1及びE2で小角X線散乱の測定をする。このとき、元素1を含まない散乱物質（例えばマトリックス）からの散乱X線強度はE1およびE2でほとんど変わらない。一方元素1から構成されている分散粒子からの散乱X線強度は、E1およびE2で大きく変化するため、E1とE2での散乱X線強度の違いは分散粒子からのものと考えてよい。また、元素1の  $f_0$ 、 $f'$ 、 $f''$  は数表や計算から求めることができる。即ち、分散粒子を構成する元素1の異常分散現象を利用することにより、着目する粒子からの小角X線散乱強度を得ることができる。このデータから、着目する粒子に関する粒子径、形状、体積率粒子間距離等の物理量を小角X線散乱の解析法に従って求めることができる。

【0012】次に、本発明による小角散乱X線装置の構成を図1に示し、本発明の作用を説明する。X線源1からの連続エネルギーの入射X線2は分光器3により特定のエネルギーを有するX線に単色化された後、X線ビームを成型する四象限スリットを経て試料5に照射される。試料からの散乱X線8は空気による散乱を抑制する真空パス6を経た後、散乱X線の一部を通過させるスリット7を経て、X線検出器9に露光される。露光後の検出器の読み出し操作により、露光されたX線の強度と位置の信号は、制御部13を経て、計算機14に取り込まれる。また、分光器、試料、スリットは各々分光器駆動部1

\*に、前記X線ターゲットを構成する元素からの特性X線のみを透過させるフィルタを備え、元素1に対して該特性のフィルタ1、元素2に対して該特性のフィルタ2等のように、X線ターゲットを構成する元素からのX線に対してフィルタを選択できるような制御機構を具備してなるものである。

【0009】また本発明の小角散乱X線装置は、複数の異なるエネルギーを有する入射X線と試料からの異なるエネルギーを有する散乱X線を十分にエネルギー分解できる位置感応型検出器を具備してなるものである。

## 【0010】

【作用】このような構成にした本発明によれば、次の作用により上記目的が達成される。最初に、着目する分散粒子に関する情報のみをそれ以外の構造に起因する情報と分離する手法であるX線異常分散現象を利用した解析法について説明する。小角散乱したX線強度Iは原子散乱因子fに比例する。

## 【0011】

## 【数1】

… (数1)

※0、試料駆動部11、スリット駆動部12によって計算機より制御部を通して制御される。次に、X線異常分散現象を利用した本発明による計測法について記述する。分光器により単色化されたX線のエネルギーをE1とする。この時、スリットの開口部の位置をP1とする。試料からの散乱X線のうちスリットの開口部を通過した散乱X線のみがX線検出器上に露光される。所定の露光時間後、分光器駆動部により分光器を駆動させ、分光後のX線のエネルギーをE2とすると共に、スリット駆動部によりスリットの開口部をP1とは重ならない位置P2に移動させた後、散乱X線をX線検出器上に露光させる。この様に、X線のエネルギーに対してスリットの開口部の位置を連動させるような制御を計算機から制御部を通じて実施する。これにより、エネルギーE2での散乱X線はE1とは異なる位置に露光・記録されることになる。この操作を所定回数繰り返すことにより、各X線エネルギーEiでの散乱X線が、X線検出器上に露光・記録されることになる。この一連の操作が終了した後、これを読み出すことにより、各X線エネルギーEiでの散乱X線を同時に検出することができる。これによればX線異常分散現象を利用した測定の計測時間を短縮でき、本発明による装置は、この計測法に最適な測定装置となる。

【0013】次に、図1とは異なる本発明の小角散乱X線装置の構成を図5に示し、本発明を説明する。本発明では、複数の異なるX線を発生するX線発生源と所定の特性X線を透過させるフィルタを入射X線光路上に設けたことが図1と異なる。電子銃16からの電子線17はX線ターゲット20に衝突しX線を発生させる。X線ターゲット20の表面は、複数の異なる元素18や元素1

9等から構成されている。元素1 8からのX線は、X線発生部の真空を保持する真空隔壁2 1、及びフィルタ2 2を経て試料に入射する。フィルタ2 2の一部は元素1 8からの特性X線のみを選択的に透過させるフィルタを使用することにより、試料に入射するX線のエネルギーは元素1固有のエネルギーE 1となり、前述と同様に、そのエネルギーの散乱X線を露光する。次に、X線ターゲットを駆動し元素2からのX線を発生させ、フィルタ駆動部2 3により元素2に最適なフィルタがX線光路上にくるようにフィルタを駆動し、更にスリット駆動部1 2により、スリット7の開口部の位置がP 2となるようにスリットを駆動する。これら一連の操作を連動させるべく、計算機1 4より制御部1 3を経て実施し、元素2固有のエネルギーE 2における散乱X線を露光する。その後、検出器上に露光されたエネルギーE 1及びE 2における散乱X線を同時に読み出すことにより、X線異常分散現象を利用した測定の計測時間を短縮でき、本発明による装置は、この計測法に最適な測定装置となる。

【0014】最後に、図1、図5とは異なる本発明の小角散乱X線装置の構成を図6に示し、本発明を説明する。本発明においては、複数の異なるエネルギーを有する入射X線と試料からの散乱X線のエネルギーを十分識別できるエネルギー分解能を有した位置感応型X線検出器を備えた点が前述の発明と異なる。X線発生源として、例えば前述の図5のそれと同様な構成からなり、元素1及び元素2からの特性X線の発生を交互に連続的に発生させてもよい。元素1からのエネルギーE 1の特性X線により発生する試料からの散乱X線は、エネルギー分解位置感応型X線検出器2 4により随時計測され、X線のエネルギー、強度、検出位置の信号が制御器を通じて計算機に取り込まれる。また元素2からのエネルギーE 2の特性X線による試料からの散乱X線も同様に計測される。本装置によれば、エネルギーE 1及びE 2の各々における小角X線散乱を同時に計測できることから、X線異常分散現象を利用した測定の計測時間を短縮でき、本発明による装置は、この計測法に最適な測定装置となる。

【0015】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明する。

【0016】図1に、本発明を適用してなる一実施例の小角X線散乱装置を示す。X線源1からの連続エネルギーの入射X線2は分光器3により特定のエネルギーを有するX線に単色化された後、X線ビームを成型する四象限スリットを経て試料5に照射される。試料からの散乱X線8は空気による散乱を抑制する真空パス6を経た後、散乱X線の一部を通過させるスリット7を経て、X線検出器9に露光される。露光後の検出器の読み出し操作により、露光されたX線の強度と位置の信号は、制御部1 3を経て、計算機1 4に取り込まれる。また、分光器、試料、スリットは各々分光器駆動部1 0、試料駆動部1 1、スリット駆動部1 2によって計算機より制御部を通

して制御される。X線源1には、高強度、連続エネルギーの放射が可能なシンクロトン放射光を光源とした。シンクロトン放射光からのX線は水平面に偏向しているため、分光器3には垂直分散によりX線を分光する方式を採った。分光器は、二枚のSi (1 1 1) 結晶とX線の結晶に対する入射角を0. 1秒の精度で制御できる結晶あり機構から構成されている。また、この結晶を所定の角度回転させる水平一軸回転台(分光器駆動部1 0)により、所望のエネルギーを有するX線が分光器より出射される。四象限スリット4には二枚のタンタル板を向い合わせて配置した一次元スリットを二組、水平及び垂直に交差させて使用した。本実施例では、この四象限スリットを二つ使用した。一つは、分光器の直下に設置し、分光器3から出射される単色X線のビームを成型すると共に、分光器からの所望のエネルギーの単色X線以外のX線を遮蔽する目的がある。他の一つは、試料直前に設置し、分光器や先の四象限スリット等からの寄生散乱が試料に入射しないようにX線を制限した。本実施例では、四象限スリットの開口幅を1 mm×1 mmとした。分光器及び試料直前の四象限スリットまでのX線光路は、空気による寄生散乱を抑制するため、ヘリウムで置換した。試料5は、y、z方向の並進機構を備えた試料駆動部1 1により、試料の任意の位置にX線が照射するように計算機1 4より制御部1 3を通じて制御できる。真空パス6は、上流の開口径25 mm、下流のそれを140 mmとし、窓材にポリイミド膜を用いて、内部を $10^{-2}$  Torr程度の真空にし、X線の空気による散乱を抑制した。スリット7は、円盤状で、その1/4の領域が散乱X線を透過させる開口部となっている。X線を遮蔽する領域は、アルミニウム板に厚さ0. 5 mmの鉛を張り合わせたもので、円盤の中心を回転軸として、スリット駆動部により任意に回転或いはその位置で保持できる構造となっている。X線検出器9は散乱X線を蓄積する輝度蛍光板を使用した。この検出器には、その直前に置かれたスリット7により、試料からの散乱X線像の一部が露光・蓄積される。

【0017】次に、このように構成される実施例装置を用いて、X線異常分散現象を利用した試料の小角散乱測定について説明する。試料はNi基超合金のマトリックス内にイットリア( $Y_2O_3$ )が微細分散されたもので、高温での耐熱特性の向上を図った材料である。この試料の小角散乱により、材料の耐熱特性を支配する分散粒子イットリアの粒子径分布、体積率さらには粒子間の距離をX線異常分散現象を利用して測定した。イットリアを構成するイットリウム(Y)元素のK-吸収端エネルギーは、17. 039 keVである。そこで、この吸収端より低いエネルギーの17. 038 keV, 17. 031 keV, 16. 973 keV, 16. 807 keVの四つのエネルギーで小角散乱の測定をした。試料は、これらのX線エネルギーで光学的厚さが $\sim 2$ となるように薄片化(厚み $\sim 20 \mu m$ )し

て、試料台にセットした。最初に、分光器からの単色X線のエネルギーが、17.038keVとなるように分光器を調整すると共に、スリット7の開口部の位置がy-z平面上で第一象限となるように調整した。その後、シンクロトロン放射光のビームを出射して、試料からの散乱X線を検出器上に露光した。露光時間は30分とした。露光後、放射光のビームを遮断し、分光器からのX線が17.031keVとなるように、またスリット7の開口部の位置が第二象限となるように各々調整した後、再び放射光のビームを出射して露光した。これを、16.807keVのX線による露光が終了するまで繰り返す。その後、輝尽性蛍光板に蓄積された各X線エネルギーでの散乱X線像を同時に読み出し、X線の散乱強度と位置の情報を、制御部13を経て計算機14に取り込んだ。測定データは、計算機上で各エネルギー毎に図3に示す散乱角度(2θ)に対する散乱X線強度となるよう、各X線検出位置の散乱角度への補正、同じ散乱角度毎のX線強度の積分等のデータ処理を行った。その後、得られた各エネルギーでの散乱X線パターンより、作用の項で記述したように、イットリウムの原子散乱因子のエネルギー依存性を考慮することで、イットリアからの小角散乱成分のみを抽出することができた。これから所定の小角散乱の解析により、イットリアの粒子径分布、体積率、粒子間距離などの物理量を得ることができた。

【0018】本実施例では、X線源に高強度なシンクロトロン放射光源を使用したため、短い露光時間で小角散乱測定ができるという効果がある。さらに、シンクロトロン放射光からのX線は高い平行性を有するため、高い小角分解能での測定が可能となる効果がある。また、検出器の直前にスリットを設けることにより、試料に散乱されない強度の高い透過X線が検出器に直接入射しないため、輝尽性蛍光板の過度の露光や、焼き付き等の問題を回避できる。さらに、本実施例では、検出器に輝尽性蓄積板を使用しているため、通常のX線フィルムに比べ帯域が広く精度の高い測定が可能になると共に、散乱画像のデジタルの読み出しが可能となり、データ処理等が容易になる。本実施例では光源にシンクロトロン放射光源を使用したため、通常の実験室で使用されているX線管球を光源に用いることで、放射光の実験期間などの制約を受けずに小角散乱測定ができる。また検出器に輝尽性蓄積板の代りに、通常のX線フィルムを用いることで簡単なセットアップで小角散乱測定ができる。また、本実施例の装置構成によれば、分光器からの単色X線のエネルギーを固定する代りに、スリットの開口部位置の駆動と試料の照射X線位置の駆動を連動させることにより、非一様な試料中の場所による密度構造を効率良く測定することが可能である。

【0019】次に、本発明を適用してなる他の実施例の小角散乱X線装置を図5に示す。本実施例は図1の実施例とX線源、分光器が異なる。電子銃16からの電子線

17はX線ターゲット20に衝突し、特性X線及び連続エネルギーのX線を発生させる。X線はX線源の真空を保持するベリリウム窓からなる真空隔壁21を通り、所定の特性X線を主に透過させるフィルタ22を経て試料に入射する。試料からの散乱X線は、その一部を通過させる開口部を有するスリット7を経てX線検出器9上に露光される。X線ターゲット20の表面には銅元素18とモリブデン元素19が貼り付けられている。銅のK-α及びβ線のエネルギーは各々8.040keV、8.9keVである。またモリブデンのK-α及びβ線のエネルギーは各々17.46keV、18.99keVである。またフィルタ22はK-吸収端エネルギー8.332keVのニッケル箔とK-吸収端エネルギー18.99keVのニオブ箔から構成されている。これらの構成により、銅からのX線に対しニッケルをモリブデンからのX線に対しニオブを用いることで、各々K-α線の特性X線を主に利用することができる。また本実施例でのスリット7は円盤の半分が開口部となっている。

【0020】次に、このように構成される実施例装置を用いて、X線異常分散現象を利用した試料の小角散乱測定について説明する。最初に、銅元素18からのX線が取り出せるようにX線ターゲットを設定し、X線光路上にニッケル箔がくるようにフィルタ駆動部23によりフィルタを駆動した。またフィルタ7の開口部がy、z平面の第一及び第二象限となるようスリット駆動部によりスリットを設定した。その後、真空隔壁21の下流に設けたシャックを開いて、試料からの散乱X線を検出器上に所定の時間露光した。露光後、モリブデン元素19からのX線を利用すべく、X線ターゲット、ニオブのフィルタを設定すると共に、スリットの開口部がy、z平面の第三及び第四象限となるようスリット駆動した。これら一連の駆動を連動させた後、再度散乱X線を露光する。露光後、検出器に蓄積された散乱X線像を読み出し、前述の実施例と同様な処理によりデータを処理・解析した。本実施例においては、分光器を使用しないため装置の小型化が可能であるという効果がある。

【0021】最後に、本発明を適用してなる他の実施例の小角散乱X線装置を図6に示す。本実施例は図5の実施例とフィルタ、スリット及び検出器が異なる。X線ターゲット20からのX線は、真空隔壁21、四象限スリット4を経て、試料に入射する。試料からの散乱X線6は、エネルギー分解位置感応型検出器により測定される。X線ターゲット20は円筒型の回転ターゲットでその表面の半分は銅元素18、あとの半分はモリブデン元素19から構成されている。このX線ターゲットの回転によりターゲットからのX線は、銅及びモリブデンの特性X線及び連続エネルギーのX線からなっている。連続エネルギーのX線の各エネルギー幅での強度は特性X線の強度に比べ、三から四桁弱いため、試料からの散乱X線は銅及びモリブデンの特性X線によるものと考えてよい。この特

性X線のエネルギーは前述の実施例で示したように、離散的である。検出器24には、X線を直接検出するX線CCD (Charge Coupled Device)を使用した。このX線CCDのエネルギー分解能は、0.3keV以下であるので、K- $\alpha$ 、 $\beta$ 線の特性X線を十分に分離できる。このため、検出した散乱X線のエネルギー、位置の信号を制御器13を経て計算機14に随時記録させた。所定の露光時間後、計算機上には各特性X線による散乱X線パターンが得られた。これから、前述の実施例と同様な処理によりデータを処理・解析した。本実施例については、フィルタ、分光器、スリットを使用しないため、装置の小型化が可能であるという効果がある。また本実施例では、検出器の直前にビームストップ15を設け、試料により散乱しなかった透過X線を遮蔽し、検出器の散乱X線の測定の障害とならないようにした。

#### 【0022】

【発明の効果】本発明によれば、複数のX線エネルギーによる小角X線パターンを効率良く測定できるため、試料中の着目した元素の吸収端近傍のX線異常分散現象を利用した小角X線散乱の解析手法が適用でき、着目した元素に関与する密度構造とそれ以外の密度構造との分離が可能となる効果がある。

【0023】また、本発明によれば、検出器の直前に散乱X線の一部を通過させるスリットを設けることや、既存の検出器の代りにエネルギー分解位置感応型検出器を設けるだけで済むので、既存の装置に簡単に適用、設置で

きるという効果がある。

【0024】また、本装置によれば、スリットの開口部の位置と連動させて試料のX線の照射位置の駆動も可能であるので、非一様な試料で場所による密度構造の違いを小角X線散乱で測定する場合でも、それらを効率良く測定できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の小角散乱X線装置の説明図。

10 【図2】従来法による小角散乱X線装置の説明図。

【図3】小角散乱X線装置により得られる一般的な小角X線散乱パターンとそれから得られる物理情報を示す特性図。

【図4】着目元素の吸収端の近くに置ける原子散乱因子のX線エネルギー依存性を示す特性図。

【図5】本発明の一実施例の小角散乱X線装置の説明図。

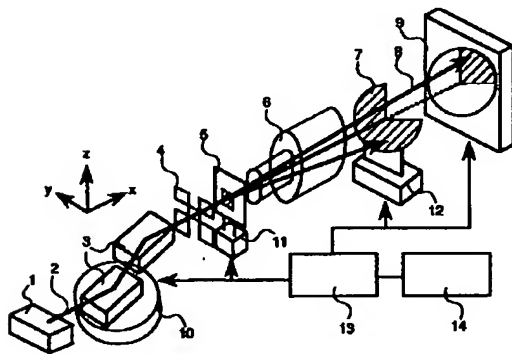
【図6】本発明の一実施例の小角散乱X線装置の説明図。

20 【符号の説明】

1…X線源、2…入射X線、3…分光器、4…四象限スリット、5…試料、6…真空バス、7…スリット、8…散乱X線、9…X線検出器、10…分光器駆動部、11…試料台駆動部、12…スリット駆動部、13…制御部、14…計算機。

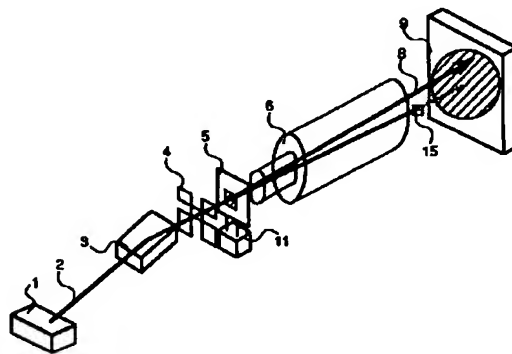
【図1】

図 1



【図2】

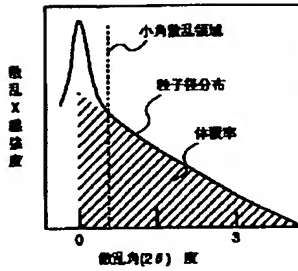
図 2





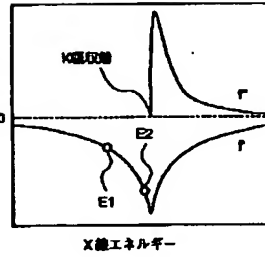
【図3】

図 3



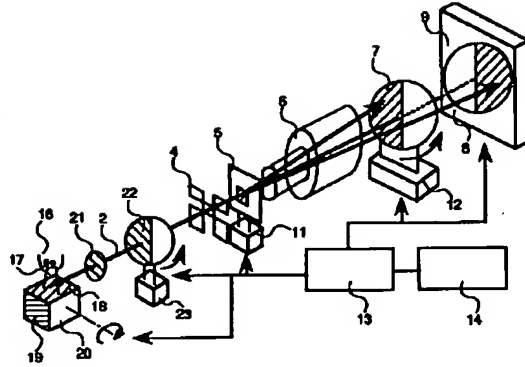
【図4】

図 4



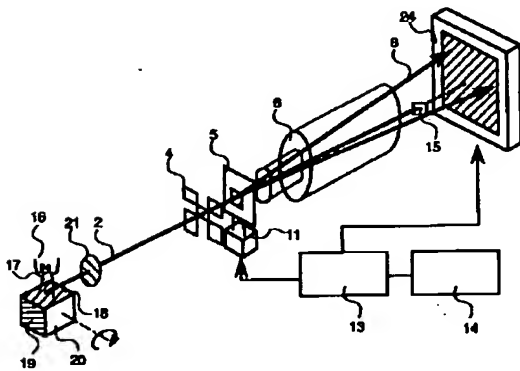
【図5】

図 5



【図6】

図 6



DERWENT-ACC-NO: 1990-374678

DERWENT-WEEK: 199050

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Optical spectral instrumentation monochromator  
- has focal distance of collimator and chamber lens  
in meridional plane larger than those in sagittal  
plane

INVENTOR: BRYNZAR, V I; IANOV, M B ; POLYAKOVA, N A

PATENT-ASSIGNEE: AS MOLD APPLD PHYS[AMLAR]

PRIORITY-DATA: 1988SU-4393895 (March 21, 1988)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
SU 1562716 A	May 7, 1990	N/A
000 N/A		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
SU 1562716A	N/A	1988SU-4393895
March 21, 1988		

INT-CL (IPC): G01J003/18

ABSTRACTED-PUB-NO: SU 1562716A

BASIC-ABSTRACT:

Emissions from the inlet slits (1) pass to collimator lens (8), made in the form of two cylindrical mirrors of circular and parabolic cross-sections. The chamber objective (9) is made from the same mirrors. The ratio of the focal distance of these mirrors lies in the image of 0.1-0.8. Closer to the slits (1,7) the cylindrical mirrors (2,6) have a generatrix parallel to the meridional plane of the monochromator. The cylindrical mirrors (3,5) closer to

the diffraction grating (4) have a generatrix parallel to the sagittal plane of monochromator. The focal planes of the mirrors (2,3) coincide with the plane of the inlet slit (1) and the focal plane of mirrors (5,6) coincide with the plane of the outlet slits (7).

ADVANTAGE - Smaller in size.. Bul.17/7.5.90.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/1

TITLE-TERMS: OPTICAL SPECTRAL INSTRUMENT MONOCHROMATOR FOCUS DISTANCE COLLIMATE

CHAMBER LENS MERIDIAN PLANE LARGER SAGITTAL PLANE

DERWENT-CLASS: S03

EPI-CODES: S03-A02A;

SECONDARY-ACC-NO:

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1990-285484

